

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 03079794  
PUBLICATION DATE : 04-04-91

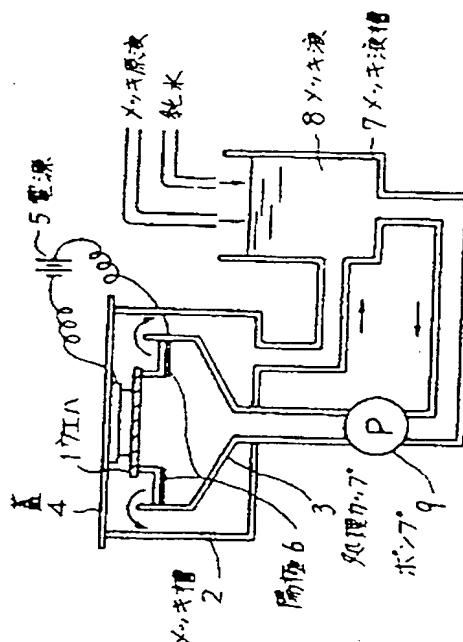
APPLICATION DATE : 19-08-89  
APPLICATION NUMBER : 01213454

APPLICANT : FUJITSU LTD;

INVENTOR : SAKAI TADAO;

INT.CL. : C25D 21/12 G01N 27/00 G01N 27/06  
G01N 33/00

TITLE : METHOD FOR CONTROLLING  
PLATING SOLUTION



ABSTRACT : PURPOSE: To accurately and rapidly detect the degree of deterioration of a plating soln. used to plate electronic parts, etc., with a noble metal such as Au by previously relating the org. matter content of the plating soln. to the electrical conductivity and measuring the org. matter content of a sample of the plating soln. during plating operation.

CONSTITUTION: When a part of the surface of a semiconductor wafer 1 is selectively plated with Au, the remaining part not to be plated is coated with a resist and the wafer 1 is pressed against the opening of a treatment cup 3 with a lid 4 and a spring. A plating soln. 8 in a vessel 7 is fed into the cup 3 by a pump 9 and sprayed on the surface of the wafer 1 to plate the surface with Au and the plating soln. overflowing the cup 3 is returned to the vessel 7 and reused. In accordance with the progress of plating, the org. matter content of the plating soln. is increased by the dissolution of the resist and the plating soln. is deteriorated. In order to prevent the deterioration, the org. matter content of the noble metal plating soln. is previously related to the electrical conductivity under plating conditions and the org. matter content of the plating soln. is measured during plating by analyzing a sample of the plating soln. The degree of deterioration of the plating soln. is judged and a stock plating soln. and water are added to the vessel 7 to regulate the compsn. of the plating soln. The expensive Au plating soln. is efficiently used.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-79794

⑮ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)4月4日

C 25 D 21/12  
G 01 N 27/00  
27/06  
33/00

C 7179-4K  
L 6843-2G  
Z 6843-2G  
B 7906-2G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 メッキ液の管理方法

⑯ 特 願 平1-213454

⑰ 出 願 平1(1989)8月19日

⑱ 発 明 者 定 方 孝 之 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
内

⑱ 発 明 者 藤 江 信 夫 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
内

⑱ 発 明 者 酒 井 忠 夫 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社  
内

⑲ 出 願 人 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

⑳ 代 理 人 弁理士 井 桁 貞一

明 細 書

1. 発明の名称

メッキ液の管理方法

2. 特許請求の範囲

メッキ液について使用に先立ち、使用環境における電気伝導度と有機物含有量との特性直線を求めておき、該メッキ液を使用してメッキ処理を行う過程で適時メッキ液を抽出し、該メッキ液について電気伝導度と有機物含有量とを測定し、前記特性直線からのずれからメッキ液の劣化度を判定することを特徴とするメッキ液の管理方法。

3. 発明の詳細な説明

(概要)

メッキ液の管理方法に関し、

メッキ液の劣化度を監視することを目的とし、

メッキ液について使用に先立って使用環境における電気伝導度と有機物含有量との特性直線を求めておき、該メッキ液を使用してメッキ処理を行

う過程で適時メッキ液を抽出し、該メッキ液について電気伝導度と有機物含有量とを測定し、前記特性直線からのずれからメッキ液の劣化度を判定することを特徴とするメッキ液の管理方法。

(産業上の利用分野)

本発明はメッキ液の劣化度を監視する方法に関する。

メッキ処理を行う対象金属には各種のものがあ  
り、それぞれ用途により金属が使い分けされてい  
るが、貴金属についてはメッキ液が高価なことか  
ら、管理を充分に行って使用可能期間を伸ばすこ  
とが必要である。

特に、金(Au)は化学的に安定であって酸化し  
ないことから、電子部品例えばコネクタの接点な  
ど挿抜によっても接触抵抗の変化が少ないことが  
必要な箇所や、厚膜集積回路と接合するリードフ  
レームの接点位置や、また半導体チップにおいて  
はワイヤボンディングを必要とするパンプなどの  
位置に金の選択メッキが行われている。

## 〔従来の技術〕

金は高価なことから必要とする位置のみにメッキを行うのがよく、この選択メッキを行うのにレジストが使用されている。

すなわち、メッキ液に浸る部分にレジストを被覆し、写真蝕刻技術（フォトリソグラフィ）を用いて選択メッキを行う部分のみを窓開けしてメッキが行われている。

この場合、レジストはなるべくメッキ液に溶解しにくい材料を使用する必要があるが、多少なりともメッキ液への溶解が避けられない。

また、従来のシアン系の金メッキ液は有毒なことから非シアン系メッキ液が多用されるようになっているが、前者に較べて液の変化や液の劣化が金メッキの品質に敏感に影響している。

また、メッキ液は約70℃の比較的高温で使用されるために水分が容易に蒸発し、そのためメッキ液の成分濃度が増加し易い。

第2図は上記の部品或いは材料の選択メッキによく使用される噴流式メッキ装置の構成を示す断

面図であって、例として半導体ウエハに形成されている多数の素子のパンプに金メッキを施す場合を示している。

素子形成が終わった半導体ウエハは、この上にメッキ液に対して溶解性の少ないレジストをスピスコートした後、パンプ形成位置のみを窓開けしておく。

かかる半導体ウエハ1はメッキ槽2の中の処理カップ3に設けてある支持枠上に載置し、裏側から蓋4とスプリングにより固定すると共に電源5の陰極に結線する。

また、支持枠の裏側には陽極6が設けられていて、電源4の陽極に結線されている。

また、メッキ槽2の傍らにはメッキ液槽7があってメッキ槽2とその中の処理カップ3とそれぞれパイプにより繋がっており、メッキ液槽7のメッキ液8はポンプ9により処理カップ3に供給され、ウエハ1に当たって溢れたメッキ液8は処理カップ3の外側を通してメッキ液槽7に戻り、この循環を繰り返している。

また、メッキ液槽7にはメッキ原液と純水が供給されるよう構成されている。

噴流式メッキ装置はこのような構成をとり、設定した時間の経過ごとにウエハ1の交換を行い、連続的にメッキが行われている。

かかる量産工程において、金メッキの品質維持のためにはメッキ液の管理が重要であるが、従来はpHの測定と金濃度の測定が行われていたに過ぎなかった。

ここで、pHは連続的に測定が可能であるが、金濃度の測定は定時例えば1日に一回ずつメッキ液をサンプリングし、分析を行っていたが、これでは正確に劣化度を測定することはできなかった。

## 〔発明が解決しようとする課題〕

非シアン系の金メッキ液は安全性の見地からシアン系のメッキ液に代わってよく用いられているが、この液を用いる場合、金メッキの品質は液の変化や劣化に敏感に影響している。

一方、金メッキはレジストを被覆した対象物に

行う場合が多く、この場合はレジストの溶解が起り、これにより液の劣化が生じ易い。

然し、従来のpH測定と、金濃度の分析だけでは液の劣化度を十分に把握できないことが問題である。

## 〔課題を解決するための手段〕

上記の課題はメッキ液について使用に先立って使用環境における電気伝導度と有機物含有量との特性直線を求めておき、このメッキ液を使用してメッキ処理を続ける過程で適時メッキ液を抽出し、このメッキ液について電気伝導度と有機物含有量とを測定し、前の特性直線からのずれからメッキ液の劣化度を判定するメッキ液の管理方法により解決することができる。

## 〔作用〕

金メッキは被処理物にレジストを被覆し、メッキ位置を窓開けして選択メッキを行う場合が多く、液の劣化はレジストの溶解によることが多い点に

着目した。

そして、溶解したレジストの量をTOC計(Total Organic Contentの略)で測り、これと電気伝導度との関係を調べた結果、溶解したレジストは殆ど電気伝導度の増加には寄与していないことを発見した。

こゝで、TOC計の測定原理はサンプリングした液に紫外線の照射を行って有機化合物を構成する炭素(C)原子間を結合鎖を切って酸化させ、炭酸ガス(CO<sub>2</sub>)とすることにより炭素含有量を測定する装置である。

本発明は連続的に金メッキを行っている過程で、適時メッキ液をサンプリングし、このTOC量と電気伝導度を測定することにより液の劣化度を監視するものである。

こゝで、予め劣化していないメッキ液についてTOCと電気伝導度の関係を求めておく必要があるが、これには次のような関係がある。

- ① メッキ液は水分が蒸発して濃縮されるに従って単位容量当たりの電気伝導度は増し、TOC量

も増す。

然し、液を希釈して基準濃度にすれば元の値に戻る。

- ② メッキ原液を補充する場合には界面活性剤や濃度分極緩和剤など有機物の量も増すために、電気伝導度は増し、TOC量も増す。

そこで、これらの関係を示す特性直線を予め求めておき、メッキ液を連続使用する過程で液をサンプリングし、電気伝導度とTOCを測定した場合に、この特性直線からのずれから劣化度すなわちレジストの溶解程度を推定し、予め、メッキの品質低下と特性直線のズレとの関係を求めておくことにより、メッキの品質が低下する前に液の交換を行うものである。

#### (実施例)

メッキ液として亜硫酸金ナトリウムを主成分とするメッキ液(品名、テンペレジストK-91S、日本高純度化学㈱)を用い、液温を70℃としてTOCと電気伝導度の関係を求め、第1図において破線で

示す基準線10を得た。

一方、この液を用い、第2図に示す噴流式メッキ装置を用い、レジストを被覆し、パンプ形成位置を窓開けしたSiウエハを試料として、100μm角のパンプ形成位置に厚さが30μmの金をストレートパンプ法で形成するメッキ作業を行った結果、TOCと電気伝導度の関係は実線11のように変化し、基準線10よりのずれが大きくなった。

これはレジストの溶解によるTOCの増加のためであるが、メッキの品質も低下しており、メッキ液の交換時期にきていることを示した。

#### (発明の効果)

従来のメッキ液の管理はpHの測定と金濃度の測定で行われているが、これでは液の劣化を正確に把握することはできなかったが、メッキ液の電気伝導度とTOCを測り、これより劣化の程度を知る本発明の実施により液の寿命を把握することができ、高品質のメッキを行うことが可能となる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は電気伝導度とTOCとの関係図、

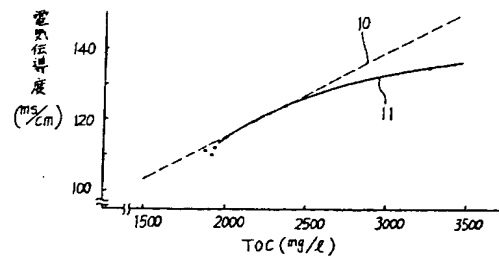
第2図は噴流式メッキ装置の構成を示す断面図、である。

図において、

- |          |         |
|----------|---------|
| 1はウエハ、   | 2はメッキ槽、 |
| 3は処理カップ、 | 5は電源、   |
| 6は陽極、    | 8はメッキ液、 |
| 10は基準線、  |         |
- である。

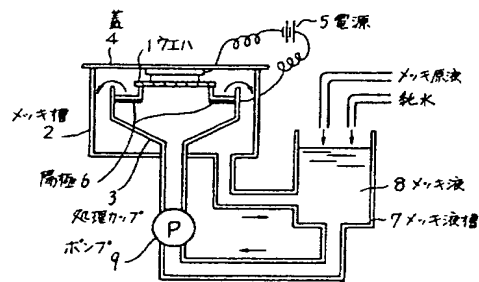
代理人 弁理士 井桁 貞一





電気伝導度とTOCとの関係図

第 1 図



噴流式メッキ装置の構成を示す断面図

第 2 図